

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-022809

(43)Date of publication of application : 27.01.1992

(51)Int.Cl.

G01B 21/30  
H01J 37/28

(21)Application number : 02-127362

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 16.05.1990

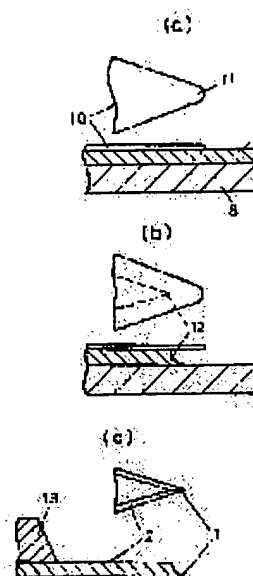
(72)Inventor : KADO HIROYUKI  
TODA TAKAO

## (54) PROBE FOR INTERATOMIC POWER MICROSCOPE AND ITS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To form a probe with satisfactory adhesiveness with a cantilever and to obtain a microscope with high reliability and resolution by etching probe material thin film at the lower part of resist film from both sides of the pointed end part of the resist film.

**CONSTITUTION:** After SiO<sub>2</sub> film 9 with thickness, for example, 1-2 $\mu$ m is formed on the surface of an Si substrate 8 by applying thermal oxidation as a probe material, and WSi<sub>2</sub> film 10 with thickness 0.1 $\mu$ m as the resist film is filmed on the surface of the film 9. The film 10 is worked in shape provided with the pointed end part 11 by photoetching technique. The radius of curvature of the pointed end part 11 of formed resist film is set at around 0.5 $\mu$ m. Thence, the substrate is soaked in buffer etch solution, and isotropic etching is applied to the film 9 for sufficient time setting the film 10 as the resist film. By applying the etching so as to obtain etching depth larger than at least the radius of curvature of the pointed end part of the film 10, at least the pointed end part on the upper plane of the film 9 formed at the lower part of the film 10 goes to a part provided with an extremely fine radius of curvature, and by applying the etching further, the pointed end part at a lower plane can go to the part provided with a fine radius of curvature less than 0.1 $\mu$ m.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

第2624873号

(45)発行日 平成9年(1997)6月25日

(24)登録日 平成9年(1997)4月11日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 B 21/30			G 0 1 B 21/30	Z
G 0 1 N 37/00			G 0 1 N 37/00	F
H 0 1 J 37/28			H 0 1 J 37/28	Z

請求項の数4(全 4 頁)

(21)出願番号	特願平2-127362	(73)特許権者	999999999 松下電器産業株式会社 大阪府門真市大字門真1006番地
(22)出願日	平成2年(1990)5月16日	(72)発明者	加道 博行 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電 器産業株式会社内
(65)公開番号	特開平4-22809	(72)発明者	任田 隆夫 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電 器産業株式会社内
(43)公開日	平成4年(1992)1月27日	(74)代理人	弁理士 松田 正道
		審査官	篠崎 正
		(56)参考文献	特開 平3-218998 (J P, A) 実開 平4-7308 (J P, U)

(54)【発明の名称】 原子間力顕微鏡用探針およびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】試料表面と探針間に働く原子間力により試料表面を観察する原子間力顕微鏡用探針において、カンチレバーは、一端が固定され他端が先端部を有する平板形状を有しており、前記カンチレバーの一方の主面の先端部は探針として利用され、前記先端部が $0.1\mu\text{m}$ 以下の曲率半径を有し、一方の主面の先端部が他方の主面の先端部より突出した形状に形成されていることを特徴とする原子間力顕微鏡用探針。

【請求項2】一端が固定されている前記カンチレバーの他端が先端部を有し、少なくとも前記先端部近傍部の主面と前記固定端近傍部の主面とのなす角が $0\sim 90$ 度であることを特徴とする請求項1記載の原子間力顕微鏡用探針。

【請求項3】基板の表面に前記基板とは異なる材料から

なる原子間力顕微鏡用探針材料を成膜し、前記探針材料表面に前記探針材料と異なる材料で先端部を有する形状のレジスト薄膜を形成し、等方性エッチング技術を用いて、エッチング深さが少なくとも前記レジスト膜の先端部の曲率半径以上となるように前記探針材料をエッチングし、 $0.1\mu\text{m}$ 以下の曲率半径を有し、かつ一方の主面より他方の主下面が突出した形状の先端部を形成し、さらに少なくとも形成された前記探針材料の先端部上部の前記レジスト膜および下部の前記基板材料を除去することを特徴とする原子間力顕微鏡用探針の製造方法。

【請求項4】基板の一部に角度 $0\sim 90$ 度の傾斜面が形成され、前記探針先端部が前記傾斜面に形成されることを特徴とする請求項3記載の原子間力顕微鏡用探針の製造方法。

【発明の詳細な説明】

#### 産業上の利用分野

本発明は、カンチレバーの自由端側の先端部を探針として用いた原子間力顕微鏡用探針及びその製造方法に関するものである。

#### 従来の技術

従来、固体表面を原子オーダーで観察できる顕微鏡として走査型トンネル顕微鏡（以後STMと呼ぶ）が開発されている。しかし、STMは試料と探針間のトンネル電流を検出して試料表面を観察するため、絶縁体表面は観察不可能であった。この問題を解決するために試料と探針間に働く原子間力を検出して試料表面を観察しようとする原子間力顕微鏡（以後AFMと呼ぶ）が提案されている。このAFMの分解能はSTMと同様に探針先端部の曲率半径に大きく依存し、曲率半径が小さいほど分解能は上がる。AFMでは微少な力を検出するために第7図に示すようなカンチレバー25が必要であり、その先端部に探針26を設けなくてはならない。従来、この探針としては、カンチレバー先端部分を探針として併用したもの、結晶のエッチピットを鋳型として利用し作製したもの、異方性エッチングにより作製したもの等が使用され、先端部の曲率半径が300Å程度のものも得られている。

#### 発明が解決しようとする課題

AFM用探針は上記のような種々の手法によって作製されているにもかかわらず、それぞれに課題を残している。カンチレバー先端部分を探針として利用する場合には、カンチレバーと探針間の密着性に関する問題はなく、製造工程も比較的簡単であるが、ホトリソグラフィの精度で先端曲率半径が決まりため、通常のホテルエッチング技術では数1000Å程度が限界であり、顕微鏡としての分解能は低くなる。これ以下の曲率半径の微細加工にはFIB等のマスクレスエッチング技術が必要となるが、製造工程が複雑化するとともに、コスト面の課題も生じてくる。結晶のエッチピットを鋳型として作製した探針は、曲率半径を比較的小さくできるが、工程が複雑となり、また探針とカンチレバーの密着性が悪いため、振動モードでの観測が困難であるという課題が生じていた。

さらに異方性エッチングを利用した作製方法はエッチング時の種々のパラメータにかなり敏感で探針形状の再現性に乏しいという課題が生じていた。

そこで、本発明は上記従来の課題に鑑みてなされたものであり、微小曲率半径の先端部を有する原子間力顕微鏡用探針及びその製造方法を提供することを目的としている。

#### 課題を解決するための手段

基板表面に探針材料を成膜し、前記探針材料表面に探針材料と異なる材料を用いて、ホテルエッチング技術により先端部を有する形状の薄膜を形成し、前記薄膜をレジスト膜として等方性エッチング技術を用いて、エッチング深さが、少なくともレジスト膜先端部の曲率半径以上

となるように探針材料をエッチングすることで、 $0.1\mu\text{m}$ 以下の曲率半径の先端部を有するカンチレバーを形成し、カンチレバーの一方の主面の先端部を探針として使用する。

#### 作用

本発明においては、レジスト膜として用いる薄膜の先端部分は従来の微細加工技術により形成されるため、曲率半径は $0.1\mu\text{m}$ 以上である。等方性エッチング技術を用いると、レジスト膜下部の探針材料薄膜は、レジスト膜先端部の両側からエッチングされるため、エッチング深さが少なくともレジスト膜先端部の曲率半径以上となるようにエッチングすれば、レジスト膜下部に形成されたカンチレバーの少なくとも上面の先端部分は、非常に微小な曲率半径となり、さらにエッチングをすることで、下面の先端部分も非常に微小な曲率半径になる。従って、このカンチレバーの一方の主面の先端部を探針として使用すれば、FIB等のサブミクロンオーダーの微細加工技術を用いなくとも、従来のホテルエッチング技術を用いて、 $0.1\mu\text{m}$ 以下の曲率半径を有する探針が形成され、分解能の高い原子間力顕微鏡が得られる。さらにカンチレバー先端部を探針として利用しているため探針とカンチレバーが一体化され、探針とカンチレバー間の密着性の問題も解決できる。

#### 実施例

以下に、本発明に係る原子間力顕微鏡用探針及びその製造方法の一実施例について図面を参照しながら説明する。

第1図に本発明の一実施例の原子間力顕微鏡用探針1およびカンチレバー2の概略図を示す。第1図に於て、一方が基材3に固定された平板状のカンチレバー2は、自由端側のカンチレバー2の上下2面にある先端部4の内、突出した方の主面の先端部を探針1として使用している。第2図に原子間力顕微鏡の観測時の配置図を示す。第2図に於て、カンチレバー2は観測試料6に対して角度20度程度の面を形成している。試料表面7の充分近くに探針1が存在すれば、試料表面7の原子と探針1の原子の間に力が発生し、カンチレバー2がたわむ。このたわみを適当な方法で検出することで試料表面の観測が可能となる。

本実施例で用いた原子間力顕微鏡用探針の製造プロセスを第3図(a)～(c)に示す。Si基板8の表面に探針（カンチレバー）材料として熱酸化により厚さ1～2 $\mu\text{m}$ の $\text{SiO}_2$ 膜9を形成後、この $\text{SiO}_2$ 膜9の表面にレジスト膜として厚さ $0.1\mu\text{m}$ の $\text{WSi}_2$ 膜10を成膜する。この $\text{WSi}_2$ 膜10を通常のホテルエッチング技術によって先端部11を有する形状に加工する（第3図(a)）。形成された $\text{WSi}_2$ 膜（レジスト膜）の先端部11の曲率半径は $0.5\mu\text{m}$ 程度である。次にこの基板をバッファエッチ溶液\*（HF1容と $\text{NH}_4\text{F}$ 6容の混合液）に浸漬して $\text{WSi}_2$ 膜10をレジスト膜として $\text{SiO}_2$ 膜9を充分な時間をかけて、等方性エッチン

グする。SiO<sub>2</sub>膜9は、WSi<sub>2</sub>膜10尖端部の両側からエッチングされるため、エッチング深さが少なくともWSi<sub>2</sub>膜10尖端部の曲率半径以上となるようにエッチングすれば、WSi<sub>2</sub>膜10下部に形成されたSiO<sub>2</sub>膜9の少なくとも上面の尖端部分は、非常に微小な曲率半径となり、更にエッチングをすることによって、下面の尖端部分も非常に微小な曲率半径になる。このように、WSi<sub>2</sub>膜10の尖端部下部に微小曲率半径の尖端部12を有するSiO<sub>2</sub>膜9を形成する（第3図（b））。本実施例では300A程度の曲率半径の尖端部が形成された。次にこの基板を希フッ硝酸に浸漬して、WSi<sub>2</sub>膜10をエッチングにより取り除く。その後形成されたカンチレバーに基材13を接着し、Si基板8をエッチングして取り除くことにより、カンチレバー2と尖端曲率半径300Aの探針1を作製する（第3図（c））。

なお、探針材料とレジスト膜材料の組合せは、SiO<sub>2</sub>とWSi<sub>2</sub>に限られるものではなく、探針材料としてはSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>等が用いられ、レジスト膜は従来のホトレジスト材料でも可能である。

また、本実施例では探針としてカンチレバーの突出した方の主面の尖端部を使用しているが、他方の主面の尖端部を探針として用いても充分微小な曲率半径と高い分解能を得ることができる。この場合には、Si基板として単結晶Siを用いれば、カンチレバーの基材を、異方性エッチングによりSi基板の一部を利用して、直接作製することが可能となりプロセスがさらに簡略化される。

次に、他の実施例を説明する。

第4図に他の実施例の原子間力顕微鏡用探針14およびカンチレバー15の概略図を示す。探針部分はカンチレバーに対して角度55度の面を形成している。

本実施例で用いた原子間力顕微鏡用探針の製造プロセスを第5図（a）～（c）に示す。異方性エッチング技術によってこのSi単結晶基板16にSi〈111〉面の傾斜面17を形成する（第5図（a））。形成された〈111〉面は〈100〉面18に対し55度の角度を成す。この時、傾斜面の傾斜角は他の形成方法によっても制御することができる。例えば、スパッタエッチングによれば、急峻な傾斜が得られ、湿式ではエッチング速度によってサイドエッチング量が変わることから、容易に傾斜を変化させることができる。この表面に探針（カンチレバー）材料として熱酸化により厚さ1～2 μmのSiO<sub>2</sub>膜19を形成後、

このSiO<sub>2</sub>膜19の表面に厚さ0.1 μmのWSi<sub>2</sub>膜20（レジスト膜）を成膜する。このWSi<sub>2</sub>膜20を通常のエッチング技術によって少なくとも尖端部21が傾斜面上にくるように加工する（第5図（b））。以下最初に説明した一実施例で用いたプロセスでカンチレバー22に対し55度の角度をなす尖端曲率半径300Aの探針23を形成した（第5図（c））。探針のカンチレバーに対する傾斜角が45～90度では、突出した方の主面の尖端部が探針として使用でき、0～45度では他方の主面の先端部の方が通常試料表面に近くなるので探針として使用できる。

なお、探針材料とレジスト膜材料の組合せは、最初に説明した一実施例で示した材料の組合せが可能である。

また、本実施例ではカンチレバーをSi基板凹部の〈100〉面（底面）を利用して作製したが、凸部の〈100〉面（頂面）を利用して作製できる。この場合には、第6図に示すように傾斜角0～90度において突出した方の主面の尖端部24を探針として使用できる。

発明の効果

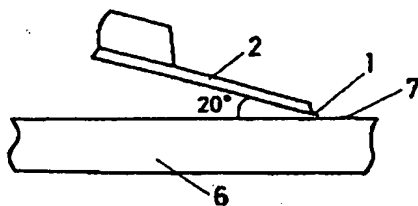
本発明によれば、FIB等のサブミクロンオーダの微細加工技術を用いなくとも、従来のエッチング技術を用いて、0.1 μm以下の尖端曲率半径を有し、またカンチレバーとの密着性も良好な原子間力顕微鏡用探針を形成することが可能となり、信頼性が高く、分解能が非常に大きく試料表面を原子オーダで観察可能な原子間力顕微鏡が得られる。

【図面の簡単な説明】

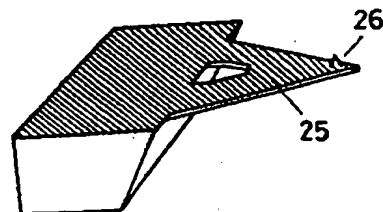
第1図は本発明の一実施例における原子間力顕微鏡用探針の概略を示す斜視図、第2図はその原子間力顕微鏡用探針および試料の配置を示す側面図、第3図は上記実施例における探針製造プロセスを説明するための工程図、第4図は本発明の他の実施例における原子間力顕微鏡用探針の概略を示す斜視図、第5図は上記他の実施例における探針製造プロセスを説明するための工程図、第6図は上記他の実施例における他の製造方法による原子間力顕微鏡用探針の概略斜視図、第7図は従来の原子間力顕微鏡用カンチレバーおよび探針の斜視図である。

1、14、23、26……探針、2、15、22、25……カンチレバー、4、12、24……SiO<sub>2</sub>膜（探針材料）尖端部、8、16……Si基板、9、19……SiO<sub>2</sub>膜（探針材料）、10、20……レジスト膜、11、21……レジスト膜尖端部。

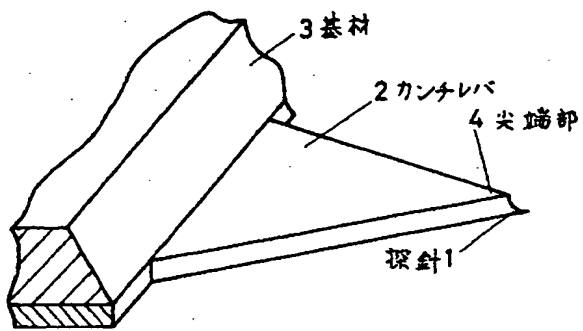
【第2図】



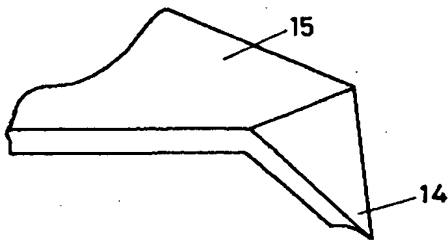
【第7図】



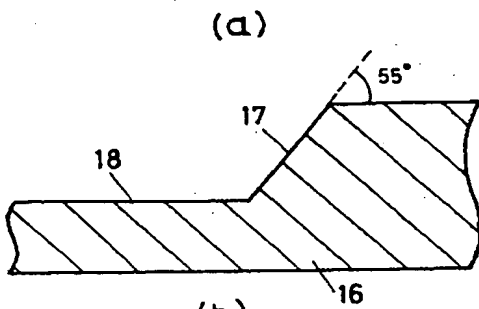
【第1図】



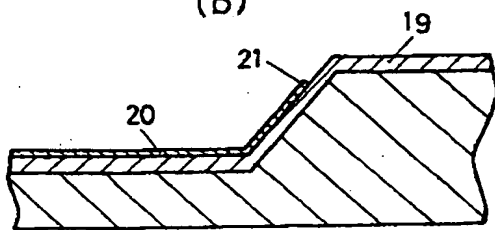
【第4図】



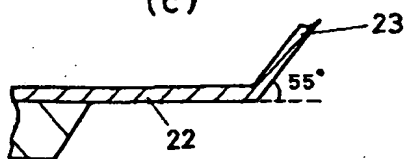
【第5図】



(b)

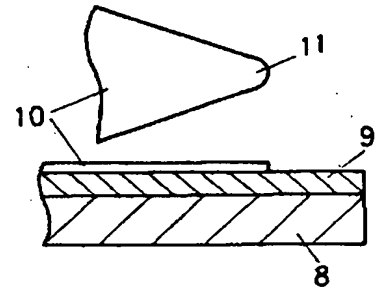


(c)

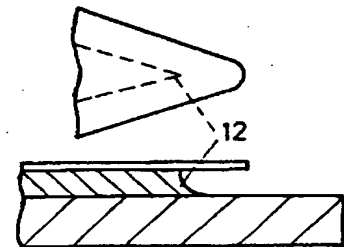


【第3図】

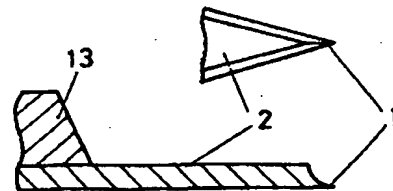
(a)



(b)



(c)



【第6図】

